

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИК АНАЛИЗА ШПИНЕЛИ
ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ КЕРАМИКИ
С ПРИМЕНЕНИЕМ НАНОПОРОШКОВ**

Пискарева М.П., Краснова Д.А., Лисиенко Д.Г.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Перспективным материалом для активных элементов лазеров с длиной волны излучения 2-5 мкм является алюмо-магниева шпинель $MgAl_2O_4$, активированная ионами Fe^{2+} . В ИЭФ УрО РАН разрабатывают технологию синтеза керамического рабочего тела, основанную на спекании нанопорошка, полученного путём лазерной абляции мишени, изготовленной из макроразмерных порошков оксидов. Однако элементный состав наноматериалов может отличаться от состава мишени, что необходимо установить и учитывать при дальнейшем получении наночастиц. Настоящая работа посвящена разработке методик атомно-эмиссионного и масс-спектрального элементного анализа материалов, участвующих в описанной выше технологии. В качестве источника аналитического сигнала в обоих методах использована индуктивно связанная плазма (ИСП).

Методы, с применением ИСП, требуют перевода проб в раствор. Попытки использовать кислотное микроволновое разложение (печь MWS-3, автоклавы DAK 60, Berghof) для керамик и исходных мишеней успехом не увенчались. Опробовано сплавление порошков с различными плавнями. Оптимальным признан вариант сплавления с кислым фторидом калия и последующей обработкой плава серной кислотой, обеспечивающий полный перевод всех материалов в раствор. С целью снижения погрешностей, возможных при переносе плава из тигля, в шихту вводили элемент сравнения в виде дозированной порции раствора. При разработке методик атомно-эмиссионного (АЭ, спектрометр OPTIMA 2000DV) и масс-спектрального (МС, спектрометр ELAN 9000) анализов полученных растворов исследовано влияние калия, способного изменить ионизационные процессы в ИСП, на основании чего выбрана солевая концентрация аналитических проб. Для АЭ выбраны аналитические линии, способы формирования аналитического сигнала, подобраны оптимальные операционные условия, обеспечивающие лучшие метрологические характеристики. С целью повышения точности измерений градуировочные растворы готовили гравиметрическим способом, в качестве исходных веществ использовали чистые металлы. Матричный состав рабочих градуировочных растворов соответствовал аналитическим пробам. Относительная характеристика погрешности определения Fe, Al, Mg не превышала 1%. МС анализ применили в полуколичественном варианте (TotalQuant) для установления содержания примесей. Градуировочные растворы готовили с применением многоэлементных стандартных растворов фирмы PerkinElmer.

Выражаем благодарность н.с. ИЭФ УрО РАН В.В. Платонову за постановку задачи и предоставленные для исследований материалы.